第51卷 第5期 金属学报 Vol.51 No.5
2015年5月 第545-552页 ACTA METALLURGICA SINICA May 2015 pp.545-552

Fe-3%Si电工钢铸坯柱状晶织构的演变规律*

付勇军[1,2] 杨 平[1)] 蒋奇武[2)] 王晓达[2)] 金文旭[2)]

1) 北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083
2) 鞍钢股份有限公司冷轧硅钢厂, 鞍山 114021

摘 要 采用Fe-3%Si电工钢铸坯中长轴平行于轧向的不同数量柱状晶进行了冷变形及再结晶退火, 采用EBSD分析技术对柱状晶织构的转变行为进行了研究. 结果表明, 原始柱状晶为立方取向的单柱状晶时, 大压下率一次冷轧及再结晶退火不利于立方织构的保留; 小压下率二次冷轧及再结晶退火会形成强立方织构, 该立方织构强烈阻碍Goss晶粒的异常长大; 原始柱状晶为立方和Goss位向的双柱状晶时, 大压下率冷轧条件下, Goss取向快速转向{111}<112>而有效地保留了立方取向, Goss和立方取向柱状晶之间的晶界没有强的交互作用; 原始柱状晶为多种位向的多柱状晶时, 柱状晶晶界能促进γ织构及减少立方织构, 有利于Goss晶粒异常长大.

关键词 柱状晶, Fe-3%Si电工钢, 冷变形, 再结晶退火, 织构

中图法分类号 TG142.1 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2015)05-0545-08

EVOLUTION OF TEXTURES OF COLUMNAR GRAINS IN Fe-3%Si ELECTRICAL STEEL SLABS

FU Yongjun [1,2], *YANG Ping* [1)], *JIANG Qiwu* [2)], *WANG Xiaoda* [2)], *JIN Wenxu* [2)]

1) School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083
2) Cold Rolling Silicon Plant, Anshan Steel Co., Ltd., Anshan 114021

Correspondent: YANG Ping, professor, Tel: (010)82376968, E-mail: yangp@mater.ustb.edu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.51071024)
Manuscript received 2014-10-22, in revised form 2015-02-18

ABSTRACT Different numbers of columnar grains in a Fe-3%Si electrical steel slabs with their major axes being parallel to the rolling direction were used for cold rolling and recrystallization annealing. The evolution of the texture of columnar grains was followed by EBSD technique. The results show that, in the case of single columnar grain with cube orientation, cube texture is adverse to be retained in condition of primary cold rolling with high reduction and recrystallization annealing, while strong cube texture can form after secondary cold rolling with low reduction and recrystallization annealing. But the cube texture hinders strongly the abnormal growth of Goss grains. For the sample containing two columnar grains with Goss and cube orientation, the initial Goss orientation rotates to {111}<112> orientation quickly and cube texture is retained effectively during cold rolling by high reduction. The interaction between the Goss and cube columnar grains is not strong. For the multi-columnar grains with different orientations, the grain boundaries between columnar grains promote γ-texture and weaken the cube texture, which is in favor of abnormal growth of Goss grains.

KEY WORDS columnar grain, Fe-3%Si electrical steel, cold deformation, recrystallization annealing, texture

电工钢是电力、电子和军事工业中不可缺少的重要软磁合金. 电工钢中的取向和无取向硅钢都是以最终形成有利织构来获得良好磁性能. 取向硅钢通过控制立方织构和γ织构获得强Goss织构[1-4]; 无取向硅钢通过控制γ织构获得含量更多的{100}织构和{110}织构[5-7].

电工钢中的柱状晶是连铸坯中普遍存在的、能提供强立方取向的初始组织, 其特有的大比例{100}

*国家自然科学基金资助项目 51071024
收到初稿日期: 2014-10-22, 收到修改稿日期: 2015-02-18
作者简介: 付勇军, 男, 1977年生, 博士生
DOI: 10.11900/0412.1961.2014.00573

织构有利于无取向硅钢的磁性能[8,9], 但会产生表面瓦楞缺陷及晶粒尺寸的显著不均匀; 而强{100}织构对取向硅钢的Goss织构会产生有害影响[10,11], 所以工业界一般都设法避免柱状晶的出现. 国内外对短流程薄板坯连铸连轧技术及铸轧法等不同工艺条件下电工钢柱状晶的组织与性能进行了大量研究[12~15], 柱状晶沿不同方向轧制时晶界的作用、柱状晶初始取向对冷轧后的再结晶取向的影响及具有立方取向单晶的冷轧及再结晶行为已有报导[16~20], 但对原始材料含不同数量的柱状晶经冷变形和再结晶后组织间相互作用的研究相对较少.

选择长轴平行于轧向的Fe-3%Si电工钢铸坯(含不同数量的柱状晶)为初始组织, 在无热轧变形强表面剪切作用和弱抑制力条件下, 研究了柱状晶在冷变形和再结晶时立方取向组织遗传、晶界对立方和Goss位向的交互作用.

1 实验方法

230 mm厚的Fe-3%Si (质量分数)铸坯在70 ℃的20%盐酸溶液中(质量分数)热酸蚀70 min, 通过低倍组织观测, 确定并切取长轴平行于轧向的含有不同数量的3种初始柱状晶(单柱状晶、双柱状晶和多柱状晶)组织薄片为研究的原始材料, 样品厚度均为3 mm.

将原始柱状晶在实验室条件下模拟取向硅钢大生产制造工艺路径进行冷变形、再结晶和二次再结晶处理. 加工处理路径及主要参数为: 一次冷轧(压下率82%)、再结晶退火(820 ℃, 4 min)、二次冷轧(压下率47%)、再结晶退火(830 ℃, 4 min)、二次再结晶退火(1200 ℃, 10 h).

采用Quanta 400型扫描电镜(SEM)附件Hikari型电子背散射衍射(EBSD)装置对原始样品及加工处理后的样品进行织构测试及分析. 柱状晶样品检测横截面; 冷轧和再结晶退火样品主要检测样品纵截面表层, 作为对比, 一次冷轧样品还检测了中心层; 二次再结晶退火样品检测轧面.

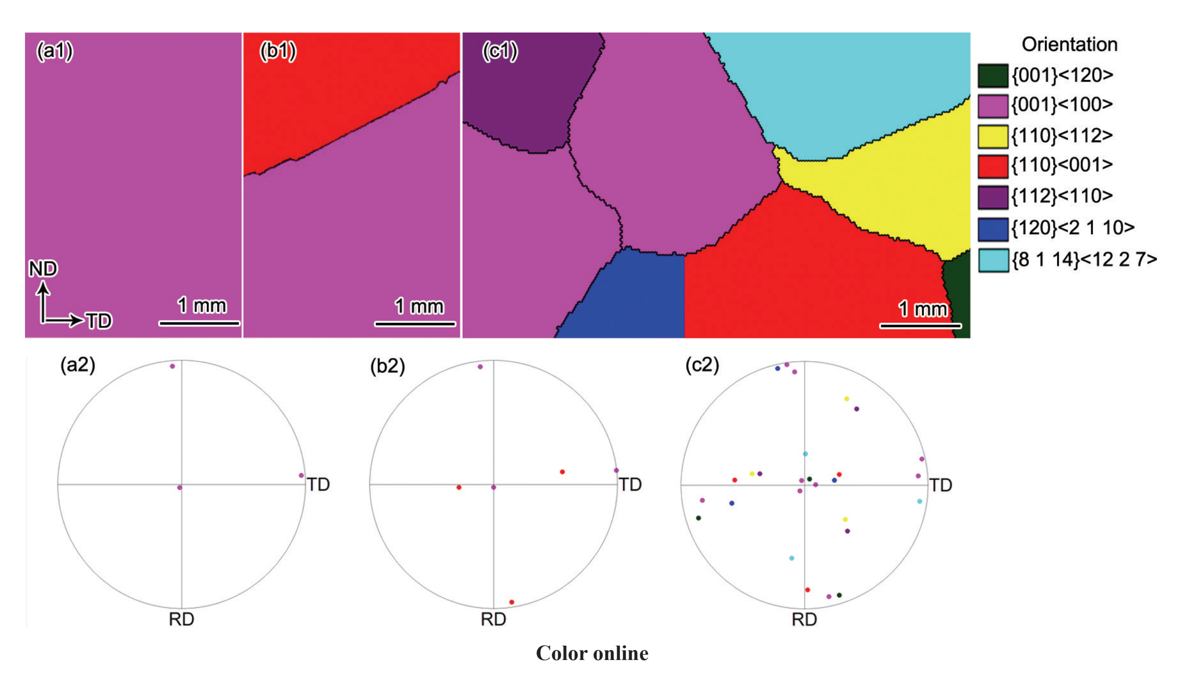
2 实验结果

2.1 原始柱状晶组织位向

图1为单柱状晶、双柱状晶和多柱状晶原始柱状晶组织EBSD取向成像图及{001}极图. 可见, 单柱状晶为立方取向({001}<100>); 双柱状晶为立方取向和Goss取向; 多柱状晶由立方取向、Goss及黄铜取向组成.

2.2 初次冷变形和再结晶织构

2.2.1 冷变形织构 图2为82%压下率一次冷轧样品表层EBSD取向成像图及{001}极图. 可见, 经大压下率冷轧后, 具有立方取向的单柱状晶转变为{001}<210>, 且上下区域分别对应2个等效变体含量都较高的(001)[210]和(001)[120]. 双柱状晶中的Goss取向转动到{111}<112>, 2种等效取向

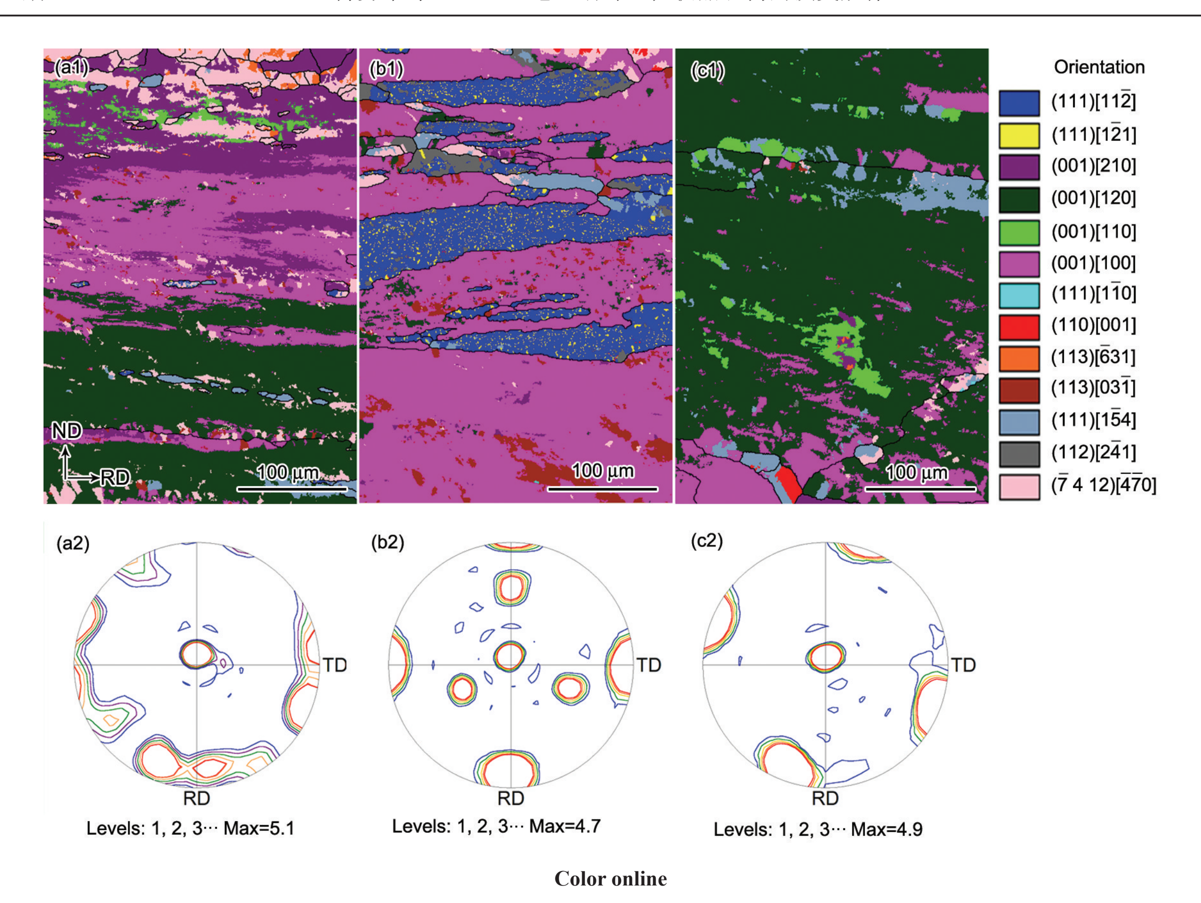


Color online

图1 单、双和多柱状晶的EBSD取向成像图及{001}极图

Fig.1 EBSD orientation maps (a1~c1) and {001} pole figures (a2~c2) of initial columnar grains in three samples (ND—normal direction, RD—rolling direction, TD—transverse direction)

(a1, a2) single columnar grain (b1, b2) double columnar grains (c1, c2) multi-columnar grains



Color online

图 2 82%压下率一次冷轧样品表层EBSD取向成像图及{001}极图

Fig.2 EBSD orientation maps (a1~c1) and {001} pole figures (a2~c2) of primary cold rolled samples subjected to 82% reduction in the surface

(a1, a2) single columnar grain　(b1, b2) double columnar grains　(c1, c2) multi-columnar grains

(111)[11$\bar{2}$]和(111)[1$\bar{2}$1]在同一晶粒内交替出现, (111)[11$\bar{2}$]含量显著高于(111)[1$\bar{2}$1]; 立方取向则未发生改变. 多柱状晶转变为{001}<210>、立方及旋转立方等{100}取向.

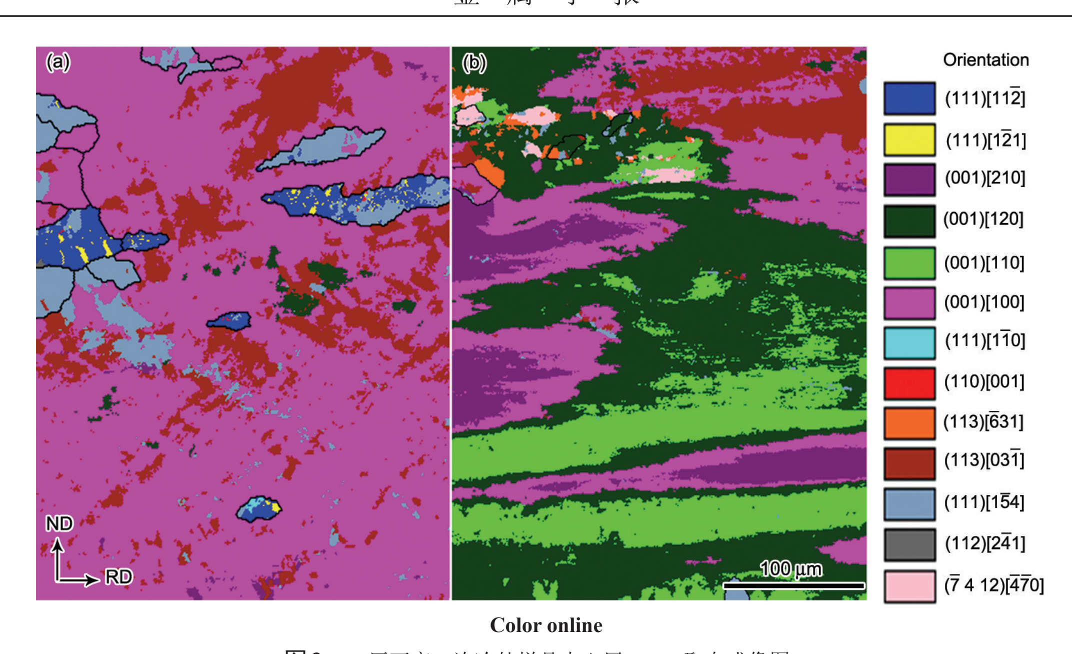
由于原始柱状晶尺寸较大, 82%压下率一次冷轧后其组织依然十分粗大, 为了对比大压下率冷轧后样品中心层与表层的取向变化差异, 对双柱状晶和多柱状晶一次冷轧后中心层也进行了检测分析, 如图3所示. 可看出, 双柱状晶一次大压下率冷轧样品的中心层与表层主要织构类型相似, 多柱状晶表层与中心层织构类型也相似, 只是面积含量有所不同. 因此, 表层取向信息一定程度上可代表整个样品.

2.2.2 再结晶退火织构　图4为82%压下率冷轧退火后样品的EBSD取向成像图及取向分布函数(ODF截面图(φ_2=45°)). 可见, 3种样品中的立方织构含量均较低、{113}<631>和{113}<031>织构均较强; 原始柱状晶数量增多, 退火织构中{111} <110>取向含量逐渐增加; 退火样品平均晶粒直径逐渐减小, 分别为20.1 , 18.7和17.7 μm.

2.3 二次冷变形和再结晶织构

2.3.1 冷轧织构　图5为47%压下率二次冷轧样品的EBSD取向成像图及ODF截面图(φ_2=45°). 二次冷轧后, 单柱状晶样品中出现了较多的立方和Goss取向形变晶粒; 双柱状晶样品中的立方织构较强, 黄铜和旋转铜型取向晶粒相邻的机会较多; 多柱状晶样品中的立方织构和{111}<112>织构较强. 与图4相比, 单柱状晶中的{113}<031>织构和双柱状晶中的{113} <631>织构强度降低, 而多柱状晶中的{113}<031>织构强度提高.

2.3.2 再结晶退火织构　图6为47%压下率冷轧及再结晶退火后样品的EBSD取向成像图及ODF截面图(φ_2=45°). 经小压下率二次冷轧和再结晶退火后, 单柱状晶样品中立方织构最强, 其他织构组分较弱; 双柱状晶样品中出现强的立方织构和接近Goss取向的织构, 与双柱状晶原始2个晶粒取向相似; 多柱状晶样品中γ线织构强, Goss取向晶粒较少. 与图5相比, {113}织构强度均有降低趋势. 平

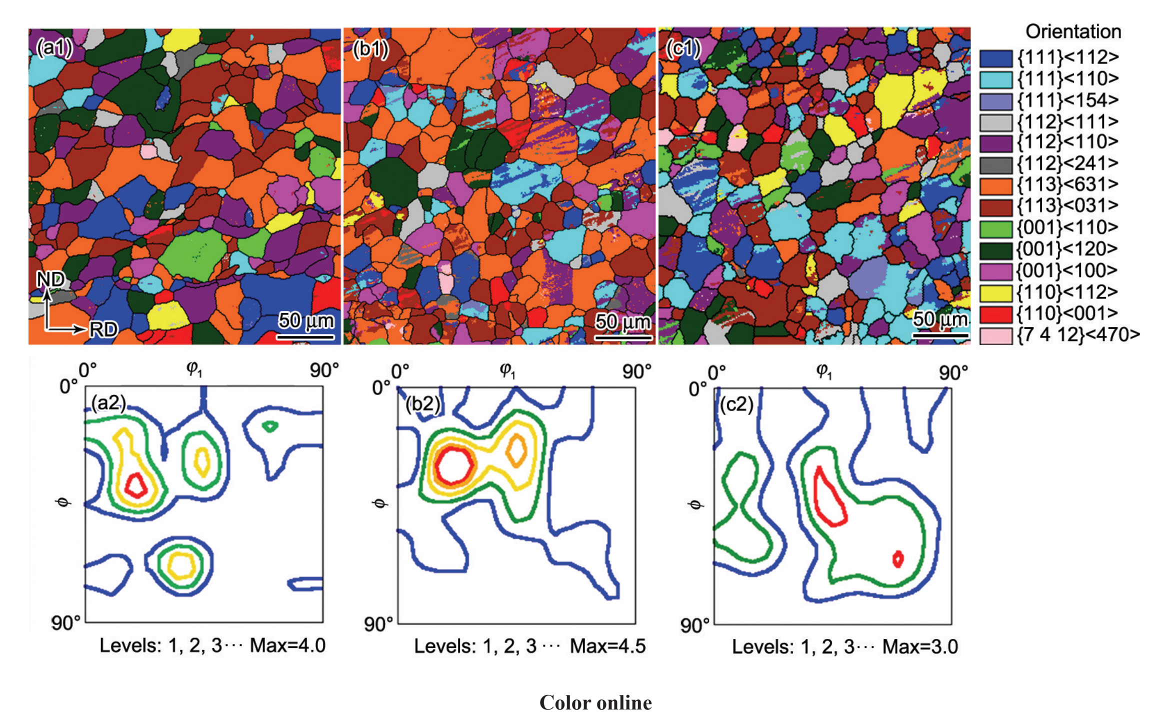


Color online

图3 82%压下率一次冷轧样品中心层EBSD取向成像图

Fig.3 EBSD orientation maps of primary cold rolled samples subjected to 82% reduction in the center

(a) double columnar grains (b) multi-columnar grains



Color online

图4 82%压下率冷轧及再结晶退火后样品的EBSD取向成像图及ODF截面图(φ_2 =45°)

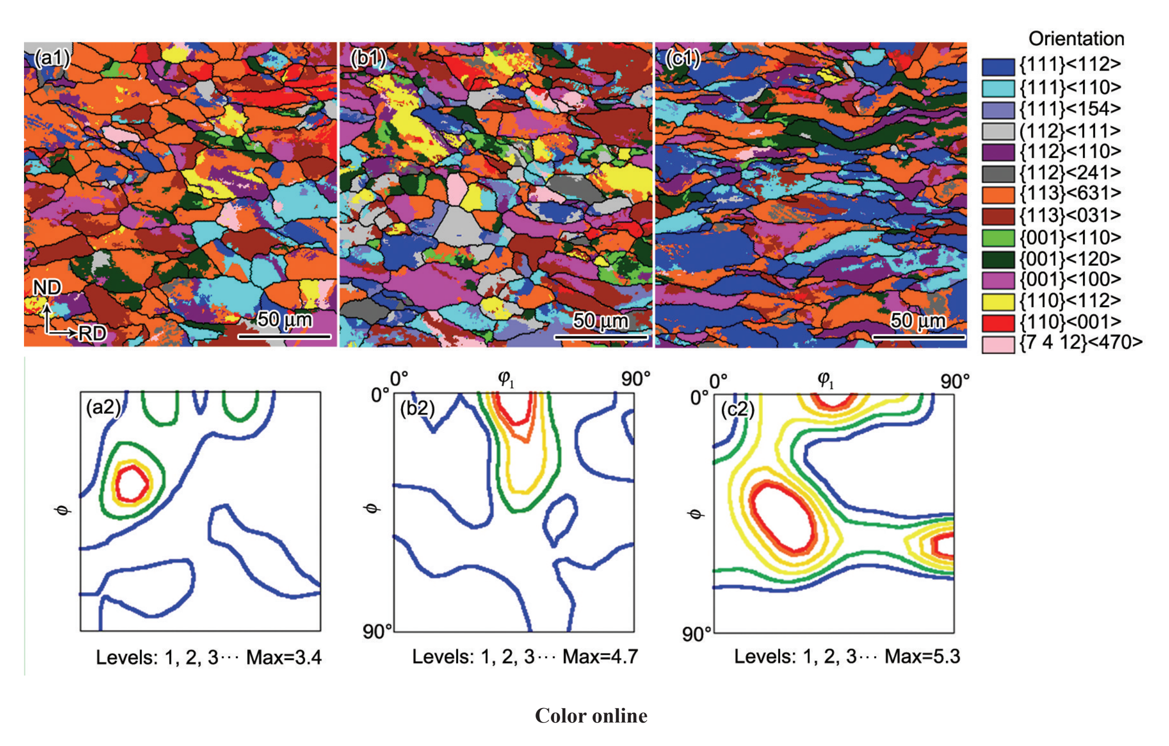
Fig.4 EBSD orientation maps (a1~c1) and ODF sections (φ_2=45°) (a2~c2) of samples after cold rolling with 82% reduction and recrystallization annealing (φ_1, ϕ and φ_2 are orientation Euler angles)

(a1, a2) single columnar grain (b1, b2) double columnar grains (c1, c2) multi-columnar grains

均晶粒直径逐渐减小, 分别为16.1, 14.1和12.4 μm.

2.4 二次再结晶织构

图7为高温退火样品的EBSD取向成像图及{001}极图. 高温退火后, 单柱状晶样品中细晶数量较多, 存在较多立方取向晶粒; 双柱状晶样品中异常长大的晶粒数量增多, 且平均晶粒尺寸增大; 多柱状晶样品中异常长大的晶粒数量进一步增多, 尺寸也进一步增大, 与Goss取向晶粒形成大角晶界的{111}<112>和{111}<110>等取向基本消失. 与图6相比, {113}织构强度均降低.

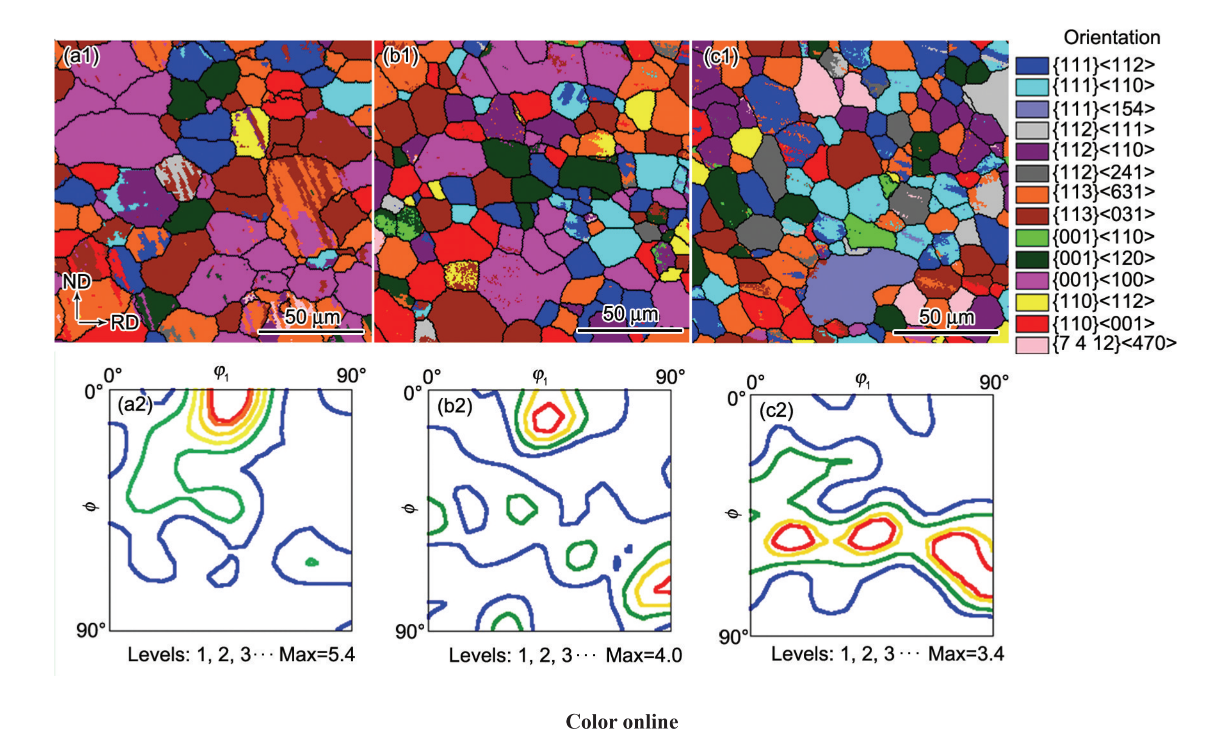


Color online

图 5 47%压下率二次冷轧样品的EBSD取向成像图及ODF截面图(φ_2 =45°)

Fig.5 EBSD orientation maps (a1~c1) and ODF sections (φ_2=45°) (a2~c2) of the secondary cold rolled samples subjected to 47% reduction

(a1, a2) single columnar grain　(b1, b2) double columnar grains　(c1, c2) multi-columnar grains

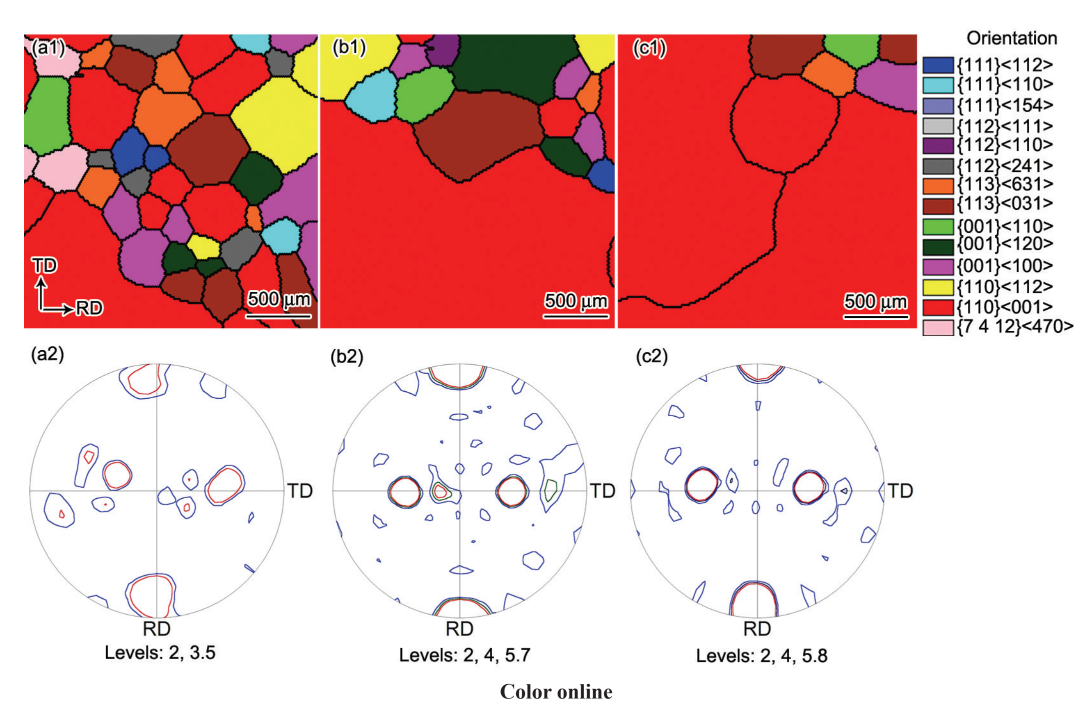


Color online

图 6 47%压下率冷轧及再结晶退火后样品的EBSD取向成像图及ODF截面图(φ_2 =45°)

Fig.6 EBSD orientation maps (a1~c1) and ODF sections (φ_2=45°) (a2~c2) of samples after cold rolling with 47% reduction and recrystallization annealing

(a1, a2) single columnar grain　(b1, b2) double columnar grains　(c1, c2) multi-columnar grains



Color online

图7 高温退火样品的EBSD取向成像图及{001}极图

Fig.7 EBSD orientation maps (a1~c1) and {001} pole figures (a2~c2) of high temperature annealed samples (a1, a2) single columnar grain (b1, b2) double columnar grains (c1, c2) multi-columnar grains

3 分析讨论

3.1 单柱状晶的织构演变

图8为单柱状晶主要取向的变化趋势. 经82%大压下率一次冷轧后(stage 2), 单柱状晶中的立方取向有35%保留, 其余立方取向则绕ND||<001>轴分别转动25°和45°后形成{001}<210>和旋转立方取向, 主要转变为{001} <210>取向.

大压下率冷轧样品再结晶退火后(stage 3), 单柱状晶已转变为多晶组织, 形成了较强的{113}<631>和{113}<031>织构, 与ND和TD细柱状晶冷轧后的再结晶织构相似[17]. γ织构增加及立方织构减少, 说明大压下率冷轧后退火不利于立方织构的保留, 但对γ织构的形成有利. 同时还观察到少量的Goss取向晶粒, {100}取向只在大形变条件下才会转向Goss取向, 大压下率冷轧后较大的取向梯度为退火后Goss取向晶粒的形成提供了保障.

47%小压下率的二次冷轧后(stage 4), 样品中的立方、Goss和γ织构含量变化不大. 再结晶退火后(stage 5), 样品中的立方织构明显增加, {113}织构明显减弱, 说明{113}织构和立方织构之间存在较好的转换关系.

二次再结晶退火后(stage 6), 样品中异常长大的Goss取向晶粒较少, 且异常长大的Goss取向晶粒尺寸也相对较小. 细晶数量较多, 其主要取向与

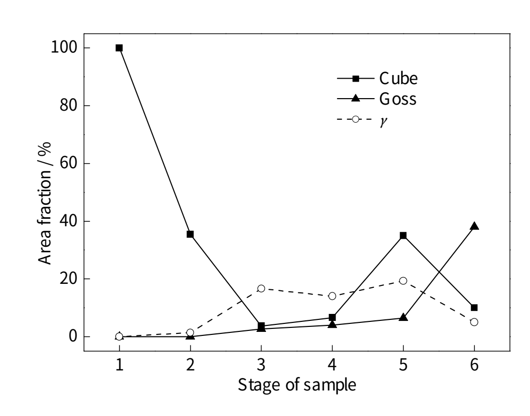


图8 单柱状晶主要取向的变化趋势

Fig.8 Variation trend to the content of grains with main orientations for single columnar grain (1—columnar, 2—primary cold rolling, 3—recrystallization annealing, 4—secondary cold rolling, 5—recrystallization annealing, 6—secondary recrystallization annealing)

脱碳退火织构组分相似. 从图7a1观察到异常长大的Goss取向晶粒和其它取向细晶之间存在较多立方取向晶粒, 说明立方取向晶粒的存在强烈阻碍了Goss取向晶粒吞并其它取向晶粒, 从而导致异常长大的Goss取向晶粒尺寸相对较小.

综上, 在原始柱状晶为立方取向单晶时, 82%大压下率一次冷轧及再结晶退火不利于立方织构的保留, 但对γ织构的形成有利; 经47%小压下率二次冷轧及再结晶退火时, 又形成了强的立方织构, 但

对Goss取向晶粒的异常长大不利. 单柱状晶织构转变存在2个路径, 主要路径为: 立方→{001}<210>→{113}→立方; 次要路径为: 立方→{001}<210>→γ→Goss.

3.2 双柱状晶的织构演变

图9为双柱状晶主要取向变化趋势. 经82%大压下率冷轧后(stage 2), 双柱状晶中的Goss取向转动到{111}<112>, 与Goss取向单晶冷轧结果相同[21], 立方取向由于Goss取向的存在而得以全部保留, 说明Goss和立方取向在冷轧时对彼此取向转变的影响较小, 主要原因是2种软取向的取向因子均为0.82, 形成的晶界交互作用较小[18]. 原始Goss取向晶粒是连续的, 但一次冷轧后{111}<112>晶粒呈断续的带状分布, 分布于软的立方取向晶粒内, 这种转变过程使立方取向得以保留.

大压下率冷轧样品再结晶退火后(stage 3), 样品中强的{113}<631>和{113}<031>织构表明, 立方织构在特定的条件下也可以不经{001}<210>取向过渡, 而直接转变为{113}取向. 图4b1检测区域只涉及双柱状晶冷轧后的立方取向区域, 如是{111}<112>形变晶粒, 退火后则形成强的Goss织构.

经47%小压下率的二次冷轧(stage 4)使{113}织构强度明显减弱, 而立方织构明显增强, {113}织构向立方织构发生转变, 这种现象在单柱状晶中并不明显. 未发现强的γ线织构, 说明图5b1的检测区域仍为原双晶中的立方取向区域. 小压下率冷轧时, 存在黄铜和旋转铜型取向之间的转动关系. 与单柱状晶相似, 再结晶退火后(stage 5), 出现强立方织构, 还存在较强的接近Goss取向的织构, 说明原始柱状晶中Goss取向具有一定的遗传性.

二次再结晶退火后(stage 6), 与单柱状晶相比, 双柱状晶样品中异常长大的Goss取向晶粒尺寸更大, 细晶数量更少, 样品中仍然存在较多立方取向小晶粒, 说明在较高立方织构含量的再结晶织构条件下, 即使具有先天的Goss取向优势, 仍不能获得较好的二次再结晶效果.

在原始柱状晶为双柱状晶时, 立方织构转变路径为: 立方→{113}→立方.

3.3 多柱状晶的织构演变

图10为多柱状晶主要取向的变化趋势. 可看出, 经82%大压下率冷轧后(stage 2), 多柱状晶中的立方取向不到10%得以保留, 主要转变为{001}<210>和旋转立方等{100}取向, 由此可推断, 图2c1检测区域主要涉及原多晶中的立方取向晶粒, 但与立方取向单晶冷轧后取向分布状态不同, 说明多晶界的存在可明显改变冷轧过程中剪切应力的分布状态, 从而改变取向分布特征. 与文献[16]中RD多晶(细柱状晶)冷轧织构进行对比分析, 发现2者存在明显差异. 细柱状晶冷轧后{100}织构较弱, 但{111}<112>织构强度较高, 本工作中粗柱状晶冷轧后{100}织构却得到有效保留, 未出现{111}<112>织构. 细、粗柱状晶的本质差异在于晶界数量不同, 细柱状晶的晶界数量更多, 改变原始立方织构类型的能力更强.

大压下率冷轧样品再结晶退火后(stage 3), 样品中除较强的{113}<631>和{113}<031>织构外, {111}<110>织构组分含量明显多于单柱状晶和双柱状晶, 与RD细柱状晶冷轧后的再结晶织构以Goss织构为主[17]明显不同.

经47%小压下率的二次冷轧后(stage 4), {113}织构也向立方织构转变. 由于原始柱状晶数量较多, 经大压下率冷轧及再结晶退火后(stage 5), 样品中的晶粒尺寸小、晶界多, 且{111}<110>织构强度

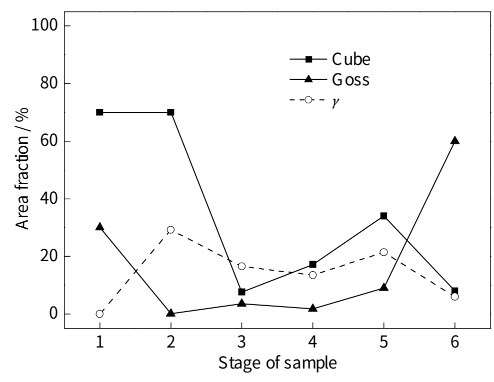


图9 双柱状晶主要取向的变化趋势

Fig.9 Variation trend to the content of grains with main orientations for double columnar grains

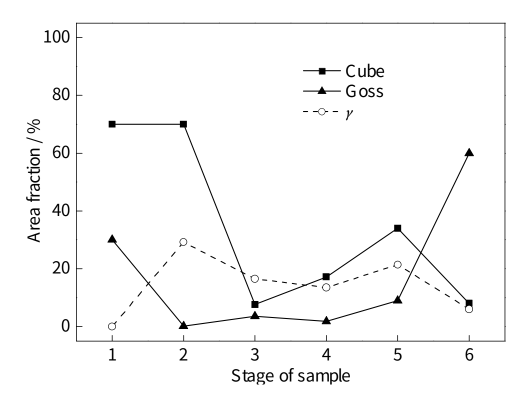


图10 多柱状晶主要取向的变化趋势

Fig.10 Variation trend to the content of grains with main orientations for multi-columnar grains

高, 使二次冷轧样品中的{111}<112>最强. 再结晶退火后, γ织构强度虽然有所减弱, 但强烈阻碍了立方织构的发展, 使其含量最低, 对Goss取向晶粒的异常长大有利. 反之, 单柱状晶和双柱状晶由于原始晶界少, 晶界的作用较弱, 使得大压下率冷轧、再结晶退火及小压下率再次冷轧、及再次再结晶退火过程中的立方织构得以有效保留, 从而显著阻碍Goss取向晶粒的异常长大.

二次再结晶退火后(stage 6), 与Goss取向晶粒形成大角晶界的{111}<112>和{111}<110>等取向基本消失, 说明高的晶界迁移率是Goss取向晶粒实现异常长大的影响因素之一. 另外, 在氢气保护气氛的高温退火过程中, 表面能也能促进二次再结晶的发生[10,11]. 除Goss取向晶粒外, 基体中还存在立方取向晶粒, 再次说明立方取向晶粒阻碍Goss取向晶粒长大的能力较强.

在原始柱状晶为多柱状晶时, 其立方织构的转变路径为: 立方→{001}<210>→{111}<110>→{111}<112>→Goss.

4 结论

(1) 原始柱状晶为立方取向单柱状晶时, 大压下率一次冷轧及再结晶退火不利于立方织构的保留; 小压下率二次冷轧及再结晶退火时, 形成强立方织构, 该立方织构对Goss取向晶粒的异常长大不利. 立方织构转变主要路径为: 立方→{001}<210>→{113}→立方.

(2) 原始柱状晶为立方和Goss位向的双柱状晶时, 大压下率冷轧条件下, Goss取向晶粒快速转向{111}<112>而有效地保留了立方取向, Goss和立方两个取向柱状晶之间的晶界没有强的交互作用. 立方织构的主要转变路径为: 立方→{113}→立方.

(3) 原始柱状晶为多种位向的柱状晶时, 晶界促进γ织构及减少立方织构, 有利于Goss取向晶粒的异常长大, 其立方织构的主要转变路径为: 立方→{001}<210>→{111}<110>→{111}<112>→Goss.

参考文献

[1] Walter J L, Hibbard W R. *Trans Met Soc AIME*, 1958; 212: 731
[2] Park J Y, Han K S, Woo J S, Chang S K, Rajmohan N, Szpunar J A. *Acta Mater*, 2002; 50: 1825
[3] Sakai T, Shiozaki M, Takashina K. *J Appl Phys*, 1979; 50: 2369
[4] Obara T, Takeuchi H, Takamiya T, Kan T. *J Mater Eng Perform*, 1993; 2: 205
[5] Takashima M, Obara T, Kan T. *J Mater Eng Perform*, 1993; 2: 249
[6] Dong H, Zhao Y, Yu X J, Lian F Z. *J Iron Steel Res Int*, 2009; 16: 86
[7] Littmann M F. *Metall Trans*, 1975; 6A: 1041
[8] Liu H T, Liu Z Y, Cao G M, Li C G, Wang G D. *J Magn Magn Mater*, 2011; 323: 2648
[9] Cheng L, Yang P, Fang Y P, Mao W M. *J Magn Magn Mater*, 2012; 324: 4068
[10] Heo N H, Chai K H, Na J G. *Acta Mater*, 2000; 48: 2901
[11] Park H K, Kim S J, Han H N, Han C H, Hwang N M. *Mater Trans*, 2010; 51: 1547
[12] Xiang L, Yue E B, Fan D D, Qiu S T, Zhao P. *J Iron Steel Res Int*, 2008; 15: 88
[13] Park J T, Szpunar J A. *Acta Mater*, 2003; 51: 3037
[14] Li C S, Yang H, Wang Y F, Yu Y M. *J Iron Steel Res Int*, 2010; 17: 46
[15] Park S Y, Lim K M, Namkung J, Kim M C, Park C G. *Scr Mater*, 2006; 54: 621
[16] Zhang N, Yang P, Mao W M. *Acta Metall Sin*, 2012; 48 : 784
(张 宁, 杨 平, 毛卫民. 金属学报, 2012; 48 : 784)
[17] Zhang N, Yang P, Mao W M. *Acta Metall Sin*, 2012; 48: 308
(张 宁, 杨 平, 毛卫民. 金属学报, 2012; 48: 308)
[18] Shao Y Y, Yang P, Mao W M. *Acta Metall Sin*, 2014; 50: 259
(邵媛媛, 杨 平, 毛卫民. 金属学报, 2014; 50: 259)
[19] Walter J L, Koch E F. *Acta Metall*, 1963; 11: 923
[20] Walter J L, Koch E F. *Acta Metall*, 1962; 10: 1059
[21] Dunn C G. *Acta Met*, 1954; 2: 173

(责任编辑:毕淑娟)

